

**METHOD FOR MAKING INORGANIC VITEROUS FILMS**

**Patent number:** SU1035016  
**Publication date:** 1983-08-15  
**Inventor:** SIROTKIN OLEG S; KHITROV MIKHAIL YU;  
KUZNETSOV EVGENIJ V  
**Applicant:** KZ KHIM TEKH INST KIROVA (SU)  
**Classification:**  
- international: (IPC1-7): C04B41/06  
- european:  
**Application number:** SU19813320145 19810410  
**Priority number(s):** SU19813320145 19810410

[Report a data error here](#)

Abstract not available for SU1035016

---

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide



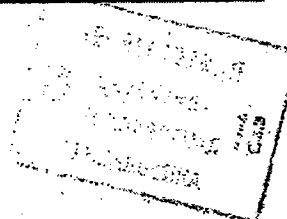
СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

09 **SU** (11) **1035016** **A**

3(50) С 04 В 41/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР  
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3320145/29-33  
(22) 10.04.81  
(46) 15.08.83. Бюл. № 30  
(72) О.С.Сироткин, М.Ю.Хитров  
и В.В.Кузнецов  
(71) Казанский химико-технологический  
институт им. С.М.Кирова  
(53) 666.295(088.8)  
(56) 1. Заявка Великобритании  
№ 1384014, кл. С 04 В 35/00, 1975.  
2. Заявка Великобритании  
№ 1436208, кл. С 03 В 18/02, 1976  
(прототип).  
(54) (57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НЕОРГАНИ-  
ЧЕСКИХ СТЕКЛОБРАЗНЫХ ПЛЕНОК ИЗ ГАЗО-

вой фазы оксида фосфора в присутст-  
вии паров воды с последующим отделе-  
нием пленок, отличающийся тем, что, с целью получения пленок,  
имеющих различные коэффициенты тер-  
мического расширения ограничивающих  
поверхностей, процесс ведут на по-  
верхности твердой подложки, получен-  
ной прессованием смеси оксидов, при  
атмосферном давлении и температуре  
не менее 300°C и не более температу-  
ры спекания или плавления компонен-  
тов подложки, а отделение пленки осу-  
ществляют охлаждением со скоростью  
не менее 200°C/мин.

09 **SU** (11) **1035016** **A**

Изобретение относится к синтезу неорганических высокомолекулярных соединений и может найти применение для получения системно-анизотропных стеклообразных пленок с различными физико-химическими характеристиками.

Известен способ получения пленки тугоплавкого материала, согласно которому пленка тугоплавкого соединения (несодержащего кислорода и почти несодержащего дефектов кристаллической структуры) образуется при осаждении этого соединения (карбида титана, кремния, циркония, гафния, ванадия, хрома или бора, бориды и нитриды этих металлов и алюминия или элементарные бор или кремний) на поверхность пленки пиролитического графита. Пленка графита осаждается на инертную жидкую подложку (медь, золото, платина). Пленку тугоплавкого соединения затем отделяют от пленки графита [1].

Этот способ позволяет получить осажденное из паровой фазы тугоплавкое соединение в виде пленки, но предусматривает полную ее изотропность, т.е. пленка имеет постоянный состав в любой ее точке.

Наиболее близким к предлагаемому является способ получения стеклообразных пленок путем перевода вещества, образующего пленку, или компонентов этого вещества в парообразное состояние под вакуумом, конденсацию паров в твердое состояние на поверхности жидкости и отделение сконденсированной пленки от жидкости. Пленка может быть образована осаждением одного вещества и одновременным осаждением различных компонентов или последовательным осаждением компонентов [2].

Недостатками этого способа являются трудности получения пленок с непрерывным изменением состава по толщине, поскольку при взаимодействии различных компонентов в газовой фазе практически невозможно регулировать осаждение требуемых продуктов по всей длине реакционной зоны, вследствие низкой температуры жидкой подложки диффузии и взаимодействия компонентов в твердой фазе не происходят, в результате слоистые пленки, полученные по прототипу, имеют четко выраженные границы раздела, что при значительных циклических изменениях температуры приводит к их расслаиванию. Кроме того, использование вакуумной техники, т.е. малых концентраций газовых фаз, не обеспечивает высокой скорости роста пленок.

Целью изобретения является получение пленок, имеющих различные коэффициенты термического расширения ограничивающих поверхностей.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения неорганических стеклообразных пленок из газовой фазы оксида фосфора в присутствии паров воды с последующим отделением пленок, процесс ведут на поверхности твердой подложки, полученной прессованием смеси оксидов, при атмосферном давлении и температуре не менее 300°C и не более температуры спекания или плавления компонентов подложки, а отделение пленки осуществляют охлаждением со скоростью не менее 200°C/мин.

**Пример 1.** В качестве твердой подложки используют таблетку размером 30·10·1 мм, отпрессованную при 650 МПа из порошка оксида кальция. Таблетку обрабатывают в течение 1 ч при 800°C газообразным оксидом фосфора в присутствии паров воды, после чего, не производя охлаждения, таблетку извлекают из высокотемпературной зоны ( $T_{пл} CaO 2580^\circ C$ ). При остывании таблетки со скоростью 300°C/мин. происходит отслоение образовавшейся на поверхности стеклообразной пленки полифосфата кальция. Последующий анализ пленки на время-пролетном лазерном масс-спектрометре показывает следующее распределение элементов по толщине пленки: соотношение P/Ca меняется от величины, близкой к  $\infty$  у одной поверхности пленки, практически до 0 у другой. Вследствие различного химического состава поверхностных слоев они имеют различные коэффициенты термического расширения. Температура текучести этой пленки 560°C.

**Пример 2.** В качестве твердой подложки используют таблетку размером 30·10·1 мм, отпрессованную из порошка оксида магния ( $T_{пл} MgO 2800^\circ C$ ). Таблетку обрабатывают в течение двух часов при 300°C.

Охлаждение осуществляют со скоростью 200°C/мин.

Пленка в процессе охлаждения отделяется от подложки без повреждений и имеет различные коэффициенты термического расширения ограничивающих ее поверхностей.

**Пример 3.** В качестве материала твердой подложки используют порошок из оксида кальция.

Процесс получения пленки ведут в системе парогазовая фаза  $P_4O_{10}-H_2O$  при 1000°C в течение 40 мин.

В результате взаимодействия масса пленки, синтезированная на 1 см<sup>2</sup> подложки, составляет 10 мг:

а) охлаждение образца осуществляют со скоростью 200°C/мин продувкой воздуха через реакционную зону (однородная прозрачная стеклообразная

пленка отделяется от подложки без повреждений);

б) охлаждение образца осуществляют перемещением его в специальном зажиме непосредственно из реакционной зоны ( $1000^{\circ}\text{C}$ ) на воздух ( $25^{\circ}\text{C}$ ) (скорость остывания около  $800^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ , пленка отделяется без повреждений).

Пленки, получаемые данными способами, имеют различные коэффициенты термического расширения ограничивающих их поверхностей.

**Пример 4.** В качестве материала для подложки можно использовать смеси любых совместимых тугоплавких оксидов. Так для получения трехкомпонентных пленок при однокомпонентной газовой фазе ( $\text{P}_4\text{O}_{10}$  в присутствии паров воды, но вода играет роль катализатора) подложку изготавливают прессованием смеси двух оксидов  $\text{SiO}_2$  и  $\text{MgO}$  в соотношении 1:2  $T_{\text{пл}}$   $\text{SiO}_2$   $1600^{\circ}\text{C}$ ).

Подложку, содержащую оксиды магния и кремния, обрабатывают  $\text{P}_4\text{O}_{10}$  -  $\text{H}_2\text{O}$  при  $1100^{\circ}\text{C}$  в течение 1 ч. Охлаждение ведут со скоростью  $500^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ .

Получаемая пленка отделяется без повреждений и имеет различные коэффициенты термического расширения, ограничивающих ее поверхностей.

Различные коэффициенты термического расширения поверхностей пленки оценивают по величине изгиба последней при нагревании. Для этого один конец пленки стандартной длины закрепляют, производят нагрев и фиксируют перемещение свободного конца. Чем оно больше, тем больше различие КТР поверхностей.

Пленки, получаемые предлагаемым способом, способны к обратимому изгибу под действием нагревания-охлаждения, что позволяет использовать их в качестве объектов, способных совершить механическую работу под действием температуры. Эта их способность может быть использована, например, в термочувствительных датчиках.

Другой областью применения стеклообразных пленок, имеющих различные коэффициенты термического расширения поверхностей, является их использование в качестве стеклоприпоя для соединения разнородных материалов, также имеющих различные КТР, например, керамики и металла, при этом обеспечивается стойкость соединения к термоциклированию.

Стеклообразные пленки, имеющие переменный по толщине состав, обладают также переменной оптической плотностью, что дает возможность применять их при фотометрических измерениях.

Составитель Р.Малькова

Редактор А.Гулько Техред М.Надь

Корректор С.Шекмар

Заказ 5749/20

Тираж 622

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР  
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д.4/5

филиал ППП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4